腐蚀科学与防护技术

2016年1月

CORROSION SCIENCE AND PROTECTION TECHNOLOGY

Vol.28 No.1 Jan. 2016

2D12-T4铝合金微弧氧化膜的性能研究

李新东 沙春鹏 乔永莲 韩培培

中航工业沈阳飞机工业(集团)有限公司 沈阳 110850

摘要:对2D12-T4热处理状态铝合金微弧氧化防护膜层的拉伸强度和疲劳性能进行了研究。结果表明,随着 氧化时间的增加,膜层厚度正比增加,膜层主要由 γ -Al₂O₃和 α -Al₂O₃及大量的非晶相构成;微弧氧化对基体的拉 伸强度等力学性能影响较小,但会显著降低材料的疲劳性能,降低超过基体的100倍。

关键词:2D12-T4铝合金 微弧氧化 拉伸强度 疲劳性能

中图分类号: TG174.451 文献标识码:A 文章编号:1002-6495(2016)01-0073-04

Effect of Micro-arc Oxidation Films on Properties of 2D12-T4 Aluminum Alloy

LI Xindong, SHA Chunpeng, OIAO Yonglian, HAN Peipei

AVIC Shenyang Aircraft Corporation, Shenyang 110850, China

Abstract: Micro-arc oxidation films were produced on 2D12-T4 aluminum alloy and then the effect of them on tensile strength and fatigue property of the alloy was studied. The results show that the thickness of the film increased with the oxidation time; γ -Al₂O₃ and α -Al₂O₃ are the main component of the micro-arc oxidation films; with the increasing coating thickness, the cross section of the alloy substrate were significantly reduced; however, of which the tensile strength changes little, but the fatigue property decreases by 100 times rather than the bare substrate.

Key words: 2D12-T4 aluminum alloy, micro-arc oxidation, tensile strength, fatigue property

1 前言

2D12 铝合金由于具有密度小、比强度高、耐腐 蚀能力强和易于成形加工等优点,大量应用于航空 领域(尤其承重件)。为提高其耐磨性,通常采用硬 质阳极化进行表面处理,但硬质阳极化膜层的硬度 相对较低、耐蚀性不高,且膜层严重降低铝合金基体 的疲劳寿命,使得该涂层不能满足在海洋环境下的 使役要求[1,2]。微弧氧化技术可以在金属表面生长出 以基体金属氧化物为主的陶瓷膜层[3-5],具有好的耐 磨、耐腐蚀、耐高温冲击和电绝缘等特性。目前,国 内外对铝合金微弧氧化技术的成膜工艺与成膜机 理、膜层的结构与耐蚀性等方面研究较为深入[5-7],

定稿日期:2015-03-18

作者简介:李新东,男,1983年生,工程师

通讯作者: 李新东, E-mail: ermao2092@163.com, 研究方向为铝合 金腐蚀与防护

DOI: 10.11903/1002.6495.2015.048

对微弧氧化处理对铝合金的拉伸力学性能和疲劳性 能的影响研究比较少[8-12],而这两个指标恰是航空领 域重点考察的两个重要性能。因此,本研究采用微 弧氧化技术在航空用 2D12-T4 铝合金表面制备陶瓷 膜,对氧化膜进行膜层硬度等基本性能表征,同时, 重点考察不同膜层厚度的微弧氧化铝合金的拉伸力 学性能和疲劳性能。

2 实验方法

实验材料为2D12-T4铝合金,主要成分(质量 分数,%) 为 Si 0.20, Fe 0.30, Cu 3.8~4.9, Mn 0.3~ 0.9, Mg 1.2~1.8, Ni 0.05, Zn 0.10, Ti 0.10, Al 余量。 拉伸试片尺寸为: 210 mm×30 mm× Φ 3.0 mm, 疲劳试 片尺寸为200 mm×30 mm×Φ4.0 mm。采用100 kW 交流脉冲微弧氧化装置,电解液为硅酸盐体系,微弧 氧化处理电流密度为8~10 A/dm²,频率为500 Hz,正 负向脉冲宽度比为50%/50%,温度:20~65℃,制备 不同氧化时间的陶瓷膜层 (30,40,45,50,60,70,90 和100 min)。硅酸盐槽液中硅酸钠为2~10 g/L, KOH为0.5~5 g/L, 添加剂为0.05~0.8 g/L, pH值为8~10。

采用螺旋测微仪测量氧化前后的尺寸变化,用GTC-10 电涡流测厚仪测定表面涂层厚度,按HB5143-1996 金属室温拉伸试验方法测试室温拉伸性能,获得抗拉强度 σ_0 ,屈服强度 σ_{02} ,断后伸长率 δ 及断后收缩率 ψ 等参数。按HB5287-1996 金属材料轴向加载疲劳实验方法,在K=3,R=0.1, $\sigma=130$ MPa。其中,K为理论应力集中系数,R为应力比, σ 为平均应力。实验频率为110 Hz的条件下进行疲劳性能测试,记载试样断裂的循环次数。采用 FEI Quanta600型环境扫描电镜 (FE-SEM) 和 D-max.rB 自动X射线衍射仪 XRD对不同氧化时间陶瓷层的表面相组成和形貌进行表征。

3 结果与讨论

3.1 微弧氧化膜基本性能表征

由表1可以看出,微弧氧化膜层的厚度与氧化时间成正比上升趋势,膜层中的致密层从氧化初期的多孔连续膜层,逐渐演变为具有一定厚度的致密

表 1 基体质量损失率、硬度及氧化膜厚度与氧化时间关系
Table 1 Mass loss, hardness and thickness of oxidation
film with different oxidation time

Oxidation / mir	n Thickness / μm	Hardnees / HV	Mass loss/%
30	10~20		-0.13
50	20~30	1304	0.29
60	30~40	1561	0.66
70	$40 \sim 50$	1573	1.31
90	50~60	1583	1.40
100	60~70	1580	2.99

的膜层 (图 1),这符合通常的微弧氧化膜的生长规律^[13],同时基体损失率也随着氧化时间逐渐增加,说明基体铝不断的生成陶瓷膜覆盖在基体表面。另外,氧化膜的硬度在氧化 60 min 时,迅速上升,达到1561 HV,而后随着氧化时间的延长,略有增加,但幅度较小,这说明只有当氧化时间足够时方可获得较高的膜层硬度。

一般认为,微弧氧化膜层由外层的疏松层和内层的紧密层构成,外层的主要成分为疏松的 γ -Al₂O₃相,内层的主要成分为耐磨的 α -Al₂O₃^[14]。本研究的微弧氧化膜也符合这一规律,由图 2 可知,微弧氧化 90 min 的试样只存在 Al 和 γ -Al₂O₃ 的衍射峰,而当把氧化膜进行打磨后,则陶瓷膜内层为 γ -Al₂O₃和 α -Al₂O₃及大量的非晶相的结构。这是由于微弧氧化过程中,在火花熄灭瞬间,熔融的 Al₂O₃在与溶液接触面上的冷却速度极大,而与膜孔壁接触面冷却速率却较小,因此陶瓷膜外表面粗糙层生成的应为 γ -Al₂O₃。而在膜层中间位置的致密层,由于冷却速度较小,生成的 γ -Al₂O₃在高温下转化为 α -Al₂O₃。

3.2 拉伸力学性能

从图3可以看出,2D12-T4铝合金经微弧氧化处理对材料的拉伸力学性能影响不大,其中拉伸强度、屈服强度略有下降,且随着厚度的增加,二者呈现小幅降低趋势。断后伸长率和断后收缩率则成波动趋势。拉伸过程中,可观察到微弧氧化膜层的外层脱落。微弧氧化陶瓷层试样的拉伸断口与未经氧化的2D12-T4铝合金相似(图4),均为典型的韧性断裂,出现许多大小不等的韧窝,而膜层内层随拉力增加而裂成碎片均匀分布在试样上(图5),这主要是因为微弧陶瓷层高脆性、高结合力的特性导致。

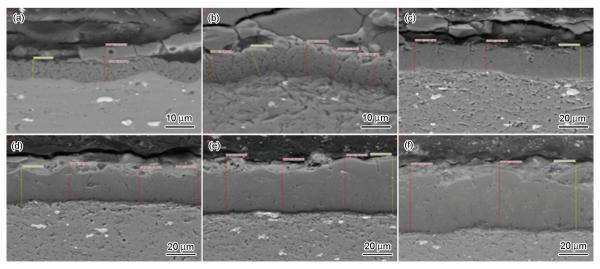


图1 不同氧化时间的膜层截面的 SEM 像

Fig.1 Cross section micrographs of the micro-arc oxidation films with different oxidation time: (a) 30 min, (b) 50 min, (c) 60 min, (d) 70 min, (e) 90 min, (f) 100 min

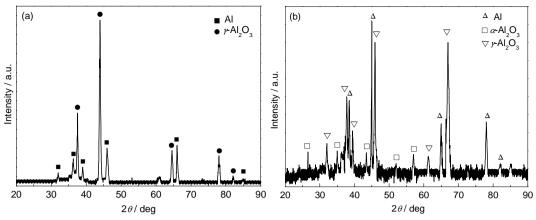


图2氧化90 min氧化膜打磨前后的XRD谱

Fig.2 XRD spectra of micro-arc oxidation films after oxidated for 90 min: (a) before sanding, (b) after sanding

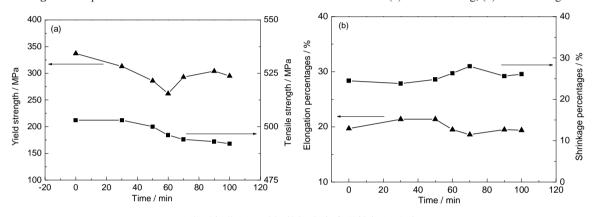


图3 微弧氧化不同时间的铝合金力学性能测试结果

Fig.3 Results of tensile property test with different oxidation time: (a) σ_b , $\sigma_{0.2}$; (b) σ , Ψ

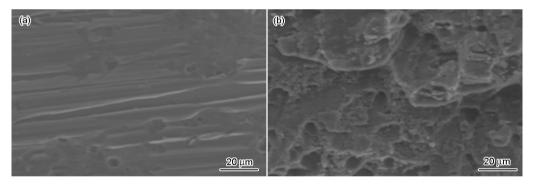


图 4 2D12 合金拉伸试样的表面及断面形貌

Fig.4 Surface morphology (a) and fracture morphology (b) of 2D12-T4 alloy tensile specimen

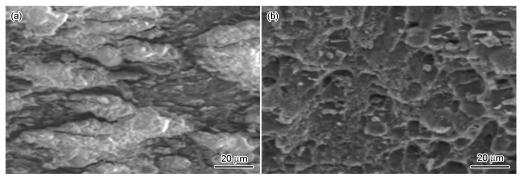


图5氧化90 min 拉伸试样的表面及断面形貌

Fig.5 Surface morphology (a) and fracture morphology (b) of tensile specimen after 90 min oxidation



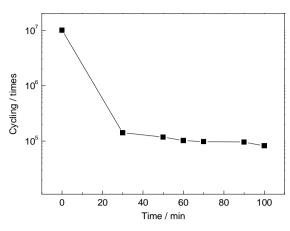


图 6 不同氧化时间的铝合金试样的疲劳实验结果
Fig.6 Results of fatigue property test with different oxidation time

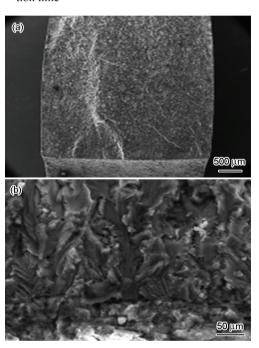


图7氧化100 min样品疲劳断裂的宏观形貌及断面 SEM 像

Fig.7 Macro- morphology (a) and fracture morphology (b) of fatigue fracture sample with 100 min oxidation time

3.3 疲劳性能

从图6可以看出,微弧氧化处理后样品的循环次数在8.2×10⁴~1.41×10⁵之间,而铝合金样品则循环>1×10⁷次仍未断裂,这说明微弧氧化处理显著降低2D12材料的疲劳性能(超过100倍),氧化后的样品随着氧化时间的增加,疲劳性能逐渐降低。其原因可能是:试样断裂的裂纹源都起源于在微弧氧化过程中形成的大的孔洞缺陷,而这些孔洞缺陷均是由于在氧化过程中合金相颗粒附近优先溶解形成[15],尤其在微弧氧化后期会出现大火花在局部基体处持续放电的现象,基体氧化严重,致使材料表面完整性

受到破坏,并随着氧化时间增加,涂层厚度增大,在厚膜层形成时产生较大应力,也进一步使疲劳裂纹更易萌生[16],这样就逐渐形成深入基体的缺陷区。正如图7所示,经微弧氧化处理的样品经疲劳测试后,疲劳裂纹都是起源于试样表面附近,并向基体扩展,材料的疲劳性能降低,最终导致材料断裂。

4 结论

- (1) 在 2D12-T4 铝合金表面制备了微弧氧化涂层,膜层厚度与氧化时间成正比增加; 膜层的硬度在氧化 90 min 时迅速升高,随后升高趋势变缓; 材料基体损失率随氧化时间的增加而增大。
- (2) 与基体 2D12-T4 铝合金相比, 随微弧氧化膜层厚度的增加, 试样拉伸性能变化不大, 但疲劳性能明显降低超过 100 倍。试样断裂的裂纹起源于试样表面附近, 并向基体传播, 最终导致材料断裂。

参考文献

- [1] 孙志华, 刘明, 国大鹏等. 2A12 航空铝合金微弧氧化陶瓷层生长过程 [J]. 稀有金属材料与工程, 2010, 39(增刊1): 64
- [3] 景晓燕, 袁艺, 于方等. 镁锂合金表面耐蚀微弧氧化膜的研究 [J]. 稀有金属材料与工程, 2009, 38(7): 1154
- [4] 赵玉峰, 杨世彦, 韩明武. 等离子体微弧氧化技术及其发展 [J]. 材料导报, 2006, 20(6): 102
- [5] 李淑华, 程金生, 尹玉军等. LY12AI 合金微弧氧化过程中电流和电压变化规律 [J]. 腐蚀科学与防护技术, 2001, 13(6): 362
- [6] Rama K L, Somaraju K R C, Sundararajan G. The tribological performance of ultra-hard ceramic composite coatings obtained through micro arc oxidation [J]. Surf. Coat. Technol., 2003, 163/164(30): 484
- [7] Xue W B, Wang C, Tian H, et al. Corrosion behaviors and galvanic studies of micro- arc oxidation films on Al-Zn-Mg-Cu alloy [J]. Surf. Coat. Technol., 2007, 201(21): 8695
- [8] 文磊, 王亚明, 周玉. LYl2 铝合金微弧氧化涂层组织结构对基体 疲能的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2009, 38(2): 747
- [9] 张亚娟. 微弧氧化对铝合金耐蚀和疲劳性能的影响 [D]. 西安: 西安理工大学, 2009
- [10] Lonyuk B, Apachitei I, Duszczyk J. The effect of oxide coatings on fatigue properties of 7475-T6 aluminium alloy [J]. Surf. Coat. Technol., 2007, 201(21): 8688
- [11] Yerokhin A L, Shatrov A, Samsonov V, et al. Fatigue properties of Keronite coatings on a magnesium alloy [J]. Surf. Coat. Techol., 2004, 182(1): 78
- [12] 滕敏, 李垚, 赫晓东等. 等离子体微弧氧化表面处理LYI2铝合金的高温拉伸性能[J]. 宇航材料工艺. 2004. (5): 50
- [13] 李忠盛, 吴护林, 潘复生等. 氧化时间对7A55 铝合金微弧氧化膜的影响 [J]. 航空材料学报, 2009, (3): 24
- [14] 高广睿, 奚正平, 李争显等. 微弧氧化电流密度对 ZL205A 铝合金氧化膜层性能的影响 [J]. 表面技术, 2010, 39(5): 88
- [15] 蔡健平, 李斌, 刘明辉等. 阳极化对航空铝合金疲劳性能的影响 [J]. 航空材料学报, 2007, 27(2): 25
- [16] 于美, 陈高红, 刘建华等. 己二酸对铝合金硫酸阳极氧化疲劳性能的影响 [J]. 金属热处理, 2011, 36(6): 50

